WO0192820

Publication Title:

METHOD AND DEVICE FOR DETERMINING THE THICKNESS OF TRANSPARENT ORGANIC LAYERS

Abstract:

Abstract of WO0192820

The invention relates to a method for determining the thickness of a transparent organic layer, e.g. a layer of oil, on a surface, e.g. steel. The coated surface is illuminated with radiation which excites the organic molecules in the layer to be measured into fundamental vibration. The back-scattered radiation is spectrally selectively detected in different wavelength ranges and the thickness of the organic layer is determined taking into account the radiation that is detected and the absorption spectrum of its molecules. The back-scattered radiation is measured in at least two wavelength ranges outside of the absorption wavelength range of the organic molecules but neighbouring this wavelength range, and a function taking into account the uncoated surface is determined according to these measurements. The extinction of the layer is established using the radiation detected inside the absorption wavelength range and the function taking into account the uncoated surface and the layer thickness is determined based on this extinction.

Data supplied from the esp@cenet database - d8f Worldwide

Courtesy of http://v3.espacenet.com

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 6. Dezember 2001 (06.12,2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer $WO\ 01/92820\ A1$

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: G01B 11/06, G01N 21/27
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/06070
- (22) Internationales Anmeldedatum:

28. Mai 2001 (28.05.2001)

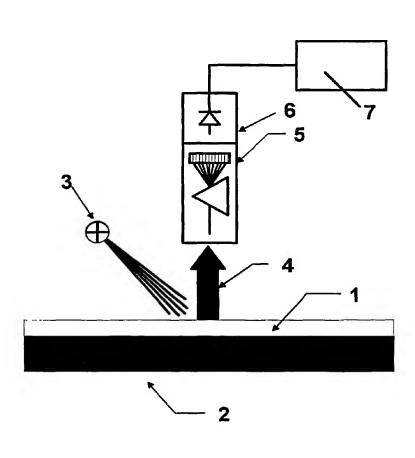
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität: 100 26 282.1 26. Mai 2000 (26.05.2000) DE

- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): INFRALYTIC GMBH [DE/DE]; Oststrasse 1, 48341 Altenberge (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): HUTH-FEHRE, Thomas [DE/DE]; Am Eschhuesbach 24, 48341 Altenberge (DE). FREITAG, Holger [DE/DE]; Besselweg 232, 48149 Münster (DE).
- (74) Anwalt: PFENNING, MEINIG & PARTNER GBR; Kurfürstendamm 170, 10707 Berlin (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR DETERMINING THE THICKNESS OF TRANSPARENT ORGANIC LAYERS

(54)Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR BESTIMMUNG DER DICKE VON TRANSPARENTEN ORGANISCHEN SCHICHTEN



(57) Abstract: The invention relates to a method for determining the thickness of a transparent organic layer, e.g. a layer of oil, on a surface, e.g. steel. The coated surface is illuminated with radiation which excites the organic molecules in the layer to be measured into fundamental vibration. back-scattered radiation is spectrally selectively detected in different wavelength ranges and the thickness of the organic layer is determined taking into account the radiation that is detected and the absorption spectrum of its molecules. The back-scattered radiation is measured in at least two wavelength ranges outside of the absorption wavelength range of the organic molecules but neighbouring this wavelength range, and a function taking into account the uncoated surface is determined according to these measurements. The extinction of the layer is established using the radiation detected inside the absorption wavelength range and the function taking into account the uncoated surface and the layer thickness is determined based on this extinction.

WO 01/92820 A1



CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK,

ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) Zusammenfassung: Es wird ein Verfahren zur Bestimmung der Dicke einer transparenten organischen Schicht, z.B. Ölschicht, auf einer Oberfläche, z.B. Stahl, vorgeschlagen, wobei die beschichtete Oberfläche mit Strahlung, die die organischen Moleküle in der zu messenden Schicht zu einer Grundschwingung anregt, beleuchtet wird. Die zurückgestreute Strahlung wird spektral selektiv in unterschiedlichen Wellenlängenbereichen detektiert, wobei unter Berücksichtigung der detektierten Strahlung und des Absorptionsspektrums der Moleküle der organischen Schicht deren Dicke bestimmt wird. Die zurückgestreute Strahlung wird in mindestens zwei Wellenlängenbereichen außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs der organischen Moleküle, aber benachbart zu diesem, gemessen und abhängig von diesen Meßwerten wird eine die unbeschichtete Oberfläche berücksichtigende Funktion bestimmt. Die Extinktion der Schicht wird unter Verwendung der innerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs detektierten Strahlung und der die unbeschichtete Oberfläche berücksichtigenden Funktion ermittelt und aus dieser wird die Schichtdicke bestimmt.

Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung der Dicke von transparenten organischen Schichten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der Dicke einer transparenten organischen Schicht auf einer Oberfläche nach dem Oberbegriff des Hauptanspruchs und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

5

10

15

20

Die Kenntnis der Dicke einer transparenten organischen Schicht auf einer beschichteten Oberfläche ist z.B. bei der Produktion von Bandstahl von größter Wichtigkeit, bei der die Metalloberfläche mit einer Beölung versehen wird. Über die Feststellung der Dikke soll sowohl eine vollständige als auch ein gleichmäßig dicke Beölung, die für bestimmte Weiterverarbeitungsschritte unabdingbar ist, garantiert werden, um die in diesem Produktionszweig enormen Reklamationskosten zu vermeiden. Problematisch in diesem Bereich ist dabei, daß die verwendeten Oberflächen zum

5

10

15

20

25

30

35

2 .

einen sehr vielfältig sind und sie zum anderen eine gewisse Rauhigkeit aufweisen.

Zur berührungslosen und zerstörungsfreien Ermittlung der Dicke von Schichten auf Oberflächen sind verschiedene Verfahren bekannt. Für glatte Oberflächen, wie sie z.B. Wafer und polierte Optiken aufweisen, finden die Ellipsometrie und die Interferenz an dünnen Schichten Anwendung. Viele Oberflächen sind für derartige Verfahren jedoch zu rauh, wie z.B. Bandstahl, Gußteile, Drehteile und dergleichen. Um organischen Schichten auf derartigen Oberflächen bestimmen zu können, bietet sich die Messung der Infrarotabsorption der Schicht an. Zur empfindlichsten Messung ist dazu die Grundschwingung der Moleküle heranzuziehen.

Aus der EP 0 186 620 A2 ist ein Verfahren zum Steuern der Schichtdicke einer Mischung aus einem Ölmaterial und Wasser bekannt, bei dem die Oberfläche mit Strahlung unterschiedlicher Wellenlänge bestrahlt wird und die reflektierte Strahlung erfaßt wird. Dabei ist ein Filter auf die Absorptionswellenlänge des Öls angepaßt und es wird die Absorption durch die Schicht festgestellt. Ein weiteres Filter dient als Referenzfilter, das zur Korrektur eines gemessenen Wertes bezüglich der Absorption von Infrarotstrahlen auf dem Oberflächenmaterial verwendet wird. Aus dem Grad der Absorption, die über die Transmission als Verhältnis der Intensität des einfallenden Lichtes und der Intensität des transmittierten Lichtes beruht, kann die Schichtdicke bestimmt werden. Die bei diesem bekannten Verfahren vorgesehene Korrektur des Absorptionswertes basiert allerdings auf der Annahme, daß der Untergrund spektral "grau" ist, und seine Spektralfunktion sich somit mit einer Konstanten annähern

läßt. Bei rauhen Oberflächen ist jedoch die Lichtstreuung stets eine komplexe Funktion der Wellenlänge. Bei dieser "Ein-Punkt-Kompensation" ist nun nachteilig, daß bei dünnen Schichten und somit kleinem Signal der große Einfluß der Streuung des rauhen Untergrundes, der zudem je nach Oberfläche stark unterschiedlich ist, nicht mehr genügend kompensiert werden kann, was in vielen Anwendungen zu unakzeptablen Genauigkeiten führt.

10

15

5

Aus der US 5 612 782 ist ein Kalibrationsverfahren für ein Meßgerät zur Messung von Ölschichten auf Blechen bekannt, das zwei Kalibrationsproben pro Oberflächenart verwendet, eine dauerbeölte grobe, die werksmäßig vermessen wird und eine leere Probe des tatsächlich zu vermessenen Blechs, das jedes Mal zu beschaffen und vermessen ist. Hierdurch soll der Einfluß der Rauhigkeit des aktuellen Blechs kompensiert werden. Dieses Verfahren ist umständlich, da neben der Beschaffung der Proben der Meßaufwand groß ist und trotzdem die Bestimmung der Dicke noch ungenau ist.

20

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Bestimmung der Dicke von transparenten organischen Schichten auf Oberflächen zu schaffen, das eine Steigerung der Genauigkeit der Dickenbestimmung auch bei dünnen Schichten und insbesondere auf rauhen Oberflächen mit unbekannter Rauhigkeit ermöglicht.

30

25

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die Merkmale des Hauptanspruchs gelöst.

35

Durch die in den Unteransprüchen angegebenen Maßnahmen sind vorteilhafte Weiterbildungen und Verbesse-

5

10

15

20

25

rungen möglich.

Zur Bestimmung der Dicke wird die beschichtete Oberfläche mit Strahlung, die von der interessierenden Beschichtung absorbiert wird, beleuchtet, und das reflektierte bzw. zurückgestreute Licht eingesammelt und spektral selektiert. Daraus wird dann das spektrale Reflexionsvermögen der Oberfläche ermittelt. Hierbei ist es vorteilhaft, nur das außerhalb des Direktreflexes diffus gestreute Licht zu erfassen. Das so gemessene Reflexionsvermögen läßt sich als Produkt des Reflexionsvermögens der reinen Oberfläche mit dem Absorptionsspektrum der zu vermessenden Schicht auffassen. Ist das spektrale Reflexionsvermögen der reinen Oberfläche bekannt, so läßt sich die Absorption bestimmen und mit Hilfe des Lambert-Beer'schen Gesetzes oder einer seiner Näherungen für dünne Schichten in eine Schichtdicke umrechnen. Das Reflexionsvermögen der reinen Oberfläche läßt sich an beschichtetem Material durch Messung der Absorption außerhalb der Molekülabsorptionsbande ermitteln und wird für den Bereich der Molekülabsorption extrapoliert. Für die Kompensation des Untergrundes bzw. der reinen Oberfläche werden mindestens zwei Stützstellen außerhalb der Molekülabsorption verwendet, wobei vorteilhafterweise als Kompensationsfunktion mathematisch die Form eines Polynoms mindestens ersten Grades, d.h. einer Geraden gewählt wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt somit eine Steigerung der Genauigkeit der Dickenbestimmung auch bei dünnen Schichten auf Oberflächen unbekannter Rauhigkeit, wobei der Aufbau der Schichtdickenmeßvorrichtung vereinfacht wird und der Meßaufwand verringert wird.

5

Das erfindungsgemäße Verfahren wird unter Verwendung eines Ausführungsbeispiels einer Vorrichtung unter Heranziehung der Zeichnung näher erläutert.

5 Es zeigen

Fig. 1 den prinzipiellen Aufbau einer Vorrichtung zur Bestimmung der Schichtdicke nach dem erfindungsgemäßen Verfahren, und

10

Fig. 2 das Absorptionsspektrum eines aliphatischen Öls neben den Durchlaßkurven zu verwendender Interferenzfilter.

15

20

In Fig. 1 ist eine Vorrichtung zur Bestimmung der Schichtdicke eines Ölfilms 1 auf einem Stahlblech 2 unbekannter Rauhigkeit dargestellt. Eine breitbandige Lichtquelle 3 beleuchtet die beschichtete Oberfläche, wobei die Lichtquelle 3 eine Strahlung enthält, die in dem Ölfilm eine Grundschwingung der Moleküle anregt. Das Licht durchdringt den Ölfilm 1 und wird an der Metalloberfläche 2 reflektiert und gestreut und durchquert die Ölschicht 1 ein zweites Mal. Das zurückgestrahlte Licht 4 wird von einem Spektrometer 5, das im dargestellten Fall ein Prismenspektrograph ist, eingesammelt, wobei jedoch auch andere Spektrometerprinzipien wie die Filterung des Lichtes mit Bandpaßfiltern Verwendung finden. Zur Vereinfachung der Darstellung werden im folgenden die Wellenlängenbereiche immer durch Filter repräsentiert.

30

35

25

Die in den verschiedenen Wellenlängen gemessene zurückgestreute Strahlung 4 wird von dem in dem Spektrometer 5 enthaltenen Empfänger oder Detektor 6 in elektrische Signale umgewandelt, die einer Auswertevorrichtung 7 zugeführt werden. Die Auswertevorrich-

5

10

15

20

25

30

35

tung 7 kann ein externer Computer sein, es können aber auch ein oder mehrere Mikroprozessoren oder - controller vorgesehen sein, die zusammen mit dem Spektrometer 5 in einem Gehäuse aufgenommen sind, wodurch ein tragbares Handmeßgerät zur Schichtdickenmessung an Ölen und Wachsen zur Verfügung gestellt werden kann.

In Fig. 2 ist ein typisches Spektrum eines aliphatischen Öls im Bereich der Fundamentalen der C-H-Schwingungen in durchgezogener Linie dargestellt. Die Extinktion oder Absorption für Öl weist ein Maximum im Bereich von 3,4 µm bis 3,45 µm und ein Nebenmaximum im Bereich von 3,5 µm auf. Die gestrichelte Kurve Filter 2 zeigt das Durchlaßspektrum eines im Spektrometer 5 verwendeten Filters, das sein Transmissionsmaximum im Absorptionswellenlängenbereich aufweist.

Zur Erfassung des auf die mit dem Ölfilm 1 beschichtete Metalloberfläche 2 von der breitbandigen Lichtquelle 3 aufgestrahlten Lichts, das nach zweimaligem Durchtritt durch den Ölfilm 1 zurückgestreut wird, wird das Filter 2 in den Strahlungsweg des zurückgestreuten Lichtes 4 eingesetzt, wobei der Detektor 6 ein Signal entsprechend der Intensität der Strahlung in ein elektrisches Signal umwandelt und an die Auswerteeinrichtung 7 gibt. Diese Intensität Iλ 2 wird in der Auswerteeinrichtung 7 auf eine Intensität I_{ST} bezogen, wobei die Intensität Ist durch eine Messung des auf eine Standardfläche aufgestrahlten und von dieser zurückgeworfenen Lichts, das durch das Filter 2 hindurchgeht und vom Detektor 6 erfaßt wird, gewonnen wurde. Diese Messungen werden in größeren zeitlichen Abständen durchgeführt, wobei als Reflexionsstandardfläche jede bekannte Oberfläche, z.B. ein Weißstandard oder eine bekannte Metallfläche verwen-

7

PCT/EP01/06070

det werden kann. Somit wird das Reflexionsvermögen R2 der mit dem Ölfilm 1 beschichteten Metalloberfläche 2 gewonnen zu

 $R2 = I_{\lambda 2}/I_{ST2}.$

10

15

20

25

30

35

WO 01/92820

Da die Schichtdicke nur des Öls 1 bestimmt werden soll, muß der Einfluß der Metalloberfläche 2 ausgeschaltet werden. Dies geschieht dadurch, daß die auf die beschichtete Oberfläche aufgestrahlte und zurückgestreute Strahlung 4 in Wellenlängenbereichen erfaßt wird, die außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs liegen. Dazu sind mindestens zwei Wellenlängenbereiche vorgesehen, die benachbart zu dem Absorptionswellenlängenbereich vorgesehen sind und die kürzere und längere Wellenlängen als die Absorptionswellenlängen umfassen. In Fig. 2 sind die Filterkurven der im Spektrometer 5 verwendeten Interferenzfilter, Filter 1 und Filter 3 dargestellt, wobei das Filter 1 beispielsweise in einem Wellenlängenbereich zwischen 3,25 und 3,34 µm liegt und das Filter 3 etwa zwischen 3,6 und 3,7 µm. Diese Wellenlängen sind vorteilhaft für gesättigte aliphatische Beschichtungen, für Öle anderer chemischer Zusammensetzung verschieben sich die Wellenlängenbereiche entsprechend.

Von dem Detektor 6 werden somit die Intensitäten des zurückgestreuten Lichts 4 im Wellenlängenbereich des Filters 1 und im Wellenlängenbereich des Filters 3 erfaßt und die Auswerteeinheit 7 dividiert diese Intensitäten durch die Intensitäten, die von der an der Standardfläche zurückgestreuten Strahlung in den Wellenlängenbereichen des Filters 1 und des Filters 3 geliefert werden. Somit können die Reflexionsvermögen $R1 = I_{\lambda 1}/I_{ST1}$ und $R3 = I_{\lambda 3}/I_{ST3}$ bestimmt werden. Durch die Bildung der Verhältnisse der Intensitäten der an

der beschichteten Oberfläche zurückgestreuten Strahlung und der Intensitäten des an der Standardoberfläche zurückgestrahlten Lichts werden Gerätegrößen, insbesondere auch Langzeitänderungen und dergleichen, eliminiert.

10

5

15

20

25

30

35

Zur Bestimmung des Einflusses des Untergrundes, d.h. der unbeschichteten Metalloberfläche 2 werden die von der Wellenlänge abhängigen Werte des Reflexionsvermögens, die die Stützstellen einer Funktion angeben, verbunden, wobei sich im vorliegenden Ausführungsbeispiel eine Gerade ergibt, d.h. die Funktion eines Polynoms ersten Grades. Diese Gerade ist in Fig. 2 mit Untergrund bezeichnet, wobei sie dort zur Vereinfachung der Darstellung eine Steigung O aufweist. Im allgemeinen Fall berechnet sich der (skalare) Korrekturwert als Skalarprodukt der Transmissionfunktion des Filters mit der Untergrundfunktion. Im vereinfachten Fall mit einer Geraden als Untergrundfunktion reduziert sich der Rechenaufwand auf die Ermittlung des Funktionswertes der Geraden bei der Mittelwellenlänge.

Wenn Werte für die Reflexionsvermögen in den unterschiedlichen Wellenlängenbereichen verwendet werden, wird zur Kompensation bzw. Eliminierung des Untergrundes das Reflexionsvermögen R2 für die beschichtete Oberfläche im Absorptionswellenlängenbereich durch das Reflexionsvermögen der unbeschichteten Metalloberfläche 2 im Absorptionswellenlängenbereich (RU) dividiert, da das Absorptionsspektrum der Ölschicht eine mit dem spektralen Reflexionsvermögen der Metalloberfläche multiplizierte Funktion ist. Aus dem Verhältnis R2:RU läßt sich dann die Extinktion ermitteln.

5

10

15

20

25

30

35

Selbstverständlich kann auch die Extinktion E proportional zu $-\ln\left(I_{\lambda}/I_{ST}\right)$ anstelle der Berechnungen mit dem Reflexionsvermögen verwendet werden. In dem Falle werden die Extinktionswerte über die Intensitäten in den unterschiedlichen Wellenlängenbereichen bestimmt und aus den Extinktionswerten der beiden äußeren Wellenlängenbereiche, die in Fig. 2 mit Filter 1 und Filter 3 bezeichnet sind, läßt sich der Untergrund, d.h. die Metalloberfläche 2 als Gerade annähern, die sich dann vom Extinktionswert der beschichteten Oberfläche im Absorptionswellenlängenbereich abziehen läßt.

Die Extinktion ist unter Berücksichtigung des Lambert-Beer'schen Gesetzes oder einer seiner Näherungen für dünne Schichten proportional zu der Dicke der durchstrahlten Schicht, so daß die Dicke des Ölfilms 1 aus dem hinsichtlich des Untergrundes kompensierten Extinktionswert bestimmen läßt. Die dazu notwendige Proportionalitätskonstante wird experimentell gefunden und ist dank der erfindungsgemäßen Untergrundkompensation unabhängig von der Rauhigkeit der Metalloberfläche.

Die oben angegebenen Berechnungen lassen sich mit unterschiedlichen fotometrischen Größen berechnen, wichtig ist, daß die Extinktion bzw. Absorption der Schicht unter Eliminierung des Untergrundes, d.h. der Metall- oder sonstigen Oberfläche bestimmt wird, aus der über die Proportionalität entsprechend dem Lambert-Beer-Gesetz die Dicke der Schicht berechnet werden kann.

Im Ausführungsbeispiel werden zwei Wellenlängenbereiche außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs verwendet, es können jedoch auch Messung in mehreren

10

Wellenlängenbereichen außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs durchgeführt werden, die dann eine Untergrundfunktion höherer Ordnung ergeben.

Im dargestellten Ausführungsbeispiel sind die Interferenzfilter im Strahlengang des von der beschichteten Oberfläche zurückgestreuten Lichts angeordnet,
sie können jedoch auch im Strahlengang zwischen
Lichtquelle 3 und beschichteter Oberfläche vorgesehen
sein.

15

30

35

Bei den oben beschriebenen Messungen ist es vorteilhaft, nur die zurückgestreute Strahlung außerhalb des
Glanzbildes, d.h. außerhalb des Direktreflexes einzusammeln. Es wird somit im Wesentlichen das diffus gestreute Licht erfaßt und es wird die Reflexion an der
Grenzschicht zwischen Öl und Luft im Wesentlichen
vermieden.

In einem anderen, nicht dargestellten Ausführungsbeispiel wird eine besonders vereinfachte Ausführung der
Untergrundkompensation ermöglicht. Anstelle der drei
Filter entsprechend Fig. 2 werden vier Bandpaßfilter,
nämlich Filter 1, Filter 2' und Filter 2" sowie Filter 3 zur Erfassung der spektralen Reflexion verwendet. Dabei müssen die Durchlaßbereiche dieser vier
Filter die folgenden Kriterien erfüllen:

- 1. ihre Mittelwellenlängen müssen zueinander äquidistant sein,
- 2. ihre Durchlaßbreiten und -profile müssen identisch sein,
- 3. die beiden mittleren Filter, Filter 2' und 2" überdecken zusammen den Absorptionswellenlängenbereich.

11

In diesem Fall vereinfacht sich der gesamte Algorithmus der Extinktionsermittlung nach dem Lambert-Beer'schen Gesetz unter Einbeziehung der Untergrundkorrektur zu der Formel: $E = \ln((R1xR3)/(R2'xR2"))$, wobei R1 und R3 die Werte des Reflexionsvermögens der beschichteten Oberfläche $(I_{\lambda l}/I_{ST1}+I_{\lambda 3}/I_{ST3})$ in den beiden äußeren, außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs liegenden Wellenlängenbereiche sind und R2' und R2'' die Werte des Reflexionsvermögens entsprechend zu den beiden innerhalb des Absorptionswellenlängenbereich liegenden Filterbereichen gehören.

Diese Vereinfachung ermöglicht es, auch mit sehr leistungsschwachen und damit preiswerten Mikrocontrollern eine hohe Meß- und Auswerterate zu erzielen.

Das beschriebene Verfahren ist für Öle, Fette, Wachse, Lacke auf unterschiedlichen rauhen Oberflächen, die auch, solange sie keine eigenständigen spektralen Absorptionen aufzeigen, andere als Metall sein können, verwendbar, wenn sie genügend transparent sind.

25

5

10

15

20

30

30

PCT/EP01/06070

Patentansprüche

1. Verfahren zur Bestimmung der Dicke einer trans-5 parenten organischen Schicht auf einer Oberfläche, wobei die beschichtete Oberfläche mit Strahlung, die die organischen Moleküle in der zu messenden Schicht zu einer Grundschwingung anregt, beleuchtet wird und die zurückgestreute 10 Strahlung spektral selektiv in unterschiedlichen Wellenlängenbereichen detektiert wird, wobei unter Berücksichtigung der detektierten Strahlung und des Absorptionsspektrums der Moleküle der organischen Schicht deren Dicke bestimmt wird, 15 gekennzeichnet, dadurch daß die zurückgestreute Strahlung in mindestens zwei Wellenlängenbereichen außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs der organischen Moleküle, aber benachbart zu diesem, gemessen wird, 20 und abhängig von diesen Meßwerten eine die unbeschichtete Oberfläche berücksichtigende Funktion bestimmt wird, und daß die Extinktion der Schicht unter Verwendung der innerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs detektierten 25 Strahlung und der die unbeschichtete Oberfläche berücksichtigenden Funktion ermittelt und aus dieser die Schichtdicke bestimmt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß mit den Meßwerten der spektral selektiv
detektierten, von der beschichteten Oberfläche
zurückstreuenden Strahlung das jeweilige spektrale Reflexionsvermögen unter Verwendung von
Meßwerten der von einem Standard zurückstreuen-

5

10

15

20

25

30

WO 01/92820 PCT/EP01/06070

den spektral detektierten Strahlung bestimmt wird.

- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß von den mindestens zwei Wellenlängenbereichen außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs einer bei kürzeren und ein anderer bei längeren Wellenlängen als der Absorptionswellenlängenbereich gewählt wird.
- 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als die die unbeschichtete Oberfläche berücksichtigende Funktion ein Polynom mindestens ersten Grades gewählt wird.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zur Kompensation des Einflusses der unbeschichteten Oberfläche auf die Schichtdickenbestimmung das gemessene Reflexionsvermögen im Absorptionswellenlängenbereich durch den Wert der Funktion als Reflexionsvermögen in dem Absorptionswellenlängenbereich dividiert wird und daraus anschließend die Extinktion ermittelt wird.
- 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zur Kompensation des Einflusses der unbeschichteten Oberfläche auf die Schichtdickenbestimmung der Wert der Funktion als Extinktion in dem Absorptionswellenlängenbereich bestimmt wird und von der im Absorptionswellenlängenbereich gemessenen Extinktion abgezogen wird.
- 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß zur spektralen Erfassung vier Bandpaßfilter verwendet werden, von

5

10

15

20

WO 01/92820 PCT/EP01/06070

denen zwei den Absorptionswellenlängenbereich überdecken und die anderen zwei den jeweiligen Wellenlängenbereich außerhalb des Absorptions-wellenlängenbereichs überdecken, und daß die Durchlaßbreiten und -profile der Bandpaßfilter identisch und ihre Mittelwellenlängen äquidistant gewählt werden.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Extinktion der Schicht allein der Formel

 $E = \ln((R1 \cdot R3) / (R2' \cdot R2''))$

folgt, wobei R2' und R2'' das Reflexionsvermögen innerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs unter Verwendung der ersten zwei Filter und R1 und R3 das Reflexionsvermögen in den außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs liegenden Wellenlängenbereichen unter Verwendung der anderen zwei Filter sind.

- 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Absorptionswellenlängenbereich zwischen 3,3 und 3,6 µm und die außerhalb des Absorptionswellenlängenbereichs liegenden Wellenlängenbereiche zwischen 3,2 und 3,35 sowie 3,6 und 3,8 gewählt werden.
- 25 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die von der beschichteten Oberfläche zurückgestreute Strahlung nur außerhalb des Direktreflexes eingesammelt und detektiert wird.
- 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Dicke eines Ölfilms auf rauhen Metalloberflächen bestimmt wird.

15

20

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Dicke des Ölfilms auf Bandstahl bestimmt wird.

15

PCT/EP01/06070

- 13. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 12 mit einer Strahlungsquelle, einer Filteranordnung, einer Empfängeranordnung und einer Auswerteeinheit, wobei die Filteranordnung mindestens ein Interferenzfilter zum Überdecken des Absorptionswellenlängenbereichs und mindestens zwei Interferenzfilter zum Überdecken von Wellenlängenbereichen benachbart zu dem Absorptionswellenlängenbereich aufweist.
 - 14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Filteranordnung durch ein rotierendes Rad mit Interferenzfiltern realisiert ist.
 - 15. Vorrichtung nach Anspruch 13 und Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Strahlungsquelle breitbandig ist.

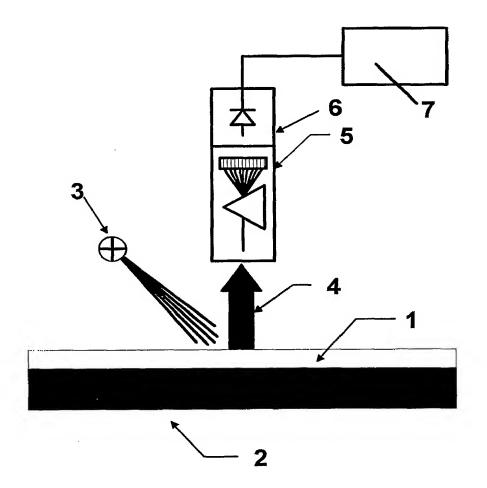


Fig. 1

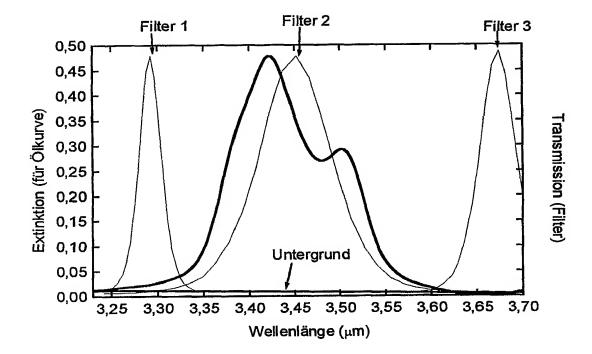


Fig. 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interr Application No PCT/FP 01/06070

PCT/EP 01/06070 A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 G01B11/06 G01M G01N21/27 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 GO1B GO1N Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, PAJ, WPI Data C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Category ° Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. WO 94 12865 A (THIOKOL CORP) χ 1-6, 9 June 1994 (1994-06-09) 9-13,15 the whole document 14 7,8 Α PATENT ABSTRACTS OF JAPAN 13,15 X vol. 009, no. 133 (P-362), 8 June 1985 (1985-06-08) & JP 60 017304 A (MITSUBISHI JUKOGYO KK), 29 January 1985 (1985-01-29) 14 Υ abstract X PATENT ABSTRACTS OF JAPAN 13,14 vol. 016, no. 058 (P-1311) 13 February 1992 (1992-02-13) & JP 03 255937 A (NKK CORP), 14 November 1991 (1991-11-14) 14 Υ abstract Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex. Special categories of cited documents: "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but "A" document defining the general state of the art which is not cited to understand the principle or theory underlying the considered to be of particular relevance invention "E" earlier document but published on or after the international "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means in the art. document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "&" document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report 10/09/2001 29 August 2001 Name and mailing address of the ISA Authorized officer European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016 Beyfuß, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interr Application No PCT/EP 01/06070

0.40	Control of the Contro	L	1/000/0			
Category °	citation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages		Relevant to claim No.			
Calegory	Organon or document, which indication, where appropriate, or the relevant passages					
Х	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 012, no. 090 (P-679), 24 March 1988 (1988-03-24) & JP 62 223610 A (SUMITOMO METAL IND LTD), 1 October 1987 (1987-10-01) abstract	*	13,15			
·						

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Inter I Application No
PCT/EP 01/06070

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date	
WO 94	412865	Α	09-06-1994	US AU CA	5406082 A 5729394 A 2150108 A	11-04-1995 22-06-1994 09-06-1994
JP 6	0017304	Α	29-01-1985	NONE		
JP 0:	3255937	Α	14-11-1991	JP	2943215 B	30-08-1999
JP 6	2223610	Α	01-10-1987	NONE		

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inten 3 Aktenzeichen PCT/EP 01/06070

a. Klassifizierung des anmeldungsgegenstandes IPK 7 G01B11/06 G01N21/27

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

GO1B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

WO 94 12865 A (THIOKOL CORP) 9. Juni 1994 (1994–06–09)	1-6,
9. Juni 1994 (1994-06-09)	
	9-13,15
das ganze Dokument	14
	7,8
PATENT ARCTRACTS OF JAPAN	13,15
vol. 009, no. 133 (P-362), 8. Juni 1985 (1985-06-08) & JP 60 017304 A (MITSUBISHI JUKOGYO KK),	13,15
Zusammenfassung	14
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 058 (P-1311), 13. Februar 1992 (1992-02-13)	13,14
	14
	8. Juni 1985 (1985-06-08) & JP 60 017304 A (MITSUBISHI JUKOGYO KK), 29. Januar 1985 (1985-01-29) Zusammenfassung PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 058 (P-1311),

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen	X Siehe Anhang Patentfamilie
Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :	*T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist	öder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundellegenden Prinzips oder der ihr zugrundellegenden
"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	Theorie angegeben ist 'X' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft er- scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer	kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden	"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung

Verörfentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindu kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) O' Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
 P' Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach

dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	*&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Daturn des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts		
29. August 2001	10/09/2001		
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk	Bevollmächtigter Bedlensteter		
Tel. (+31–70) 34Ď-2Ď40, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Beyfuß, M		

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter s Aktenzeichen
PCT/EP 01/06070

			/ 060/0
C.(Fortsetz Kategorie°	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht komme	enden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 012, no. 090 (P-679), 24. März 1988 (1988-03-24) & JP 62 223610 A (SUMITOMO METAL IND LTD), 1. Oktober 1987 (1987-10-01) Zusammenfassung		13,15
			,

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröttentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Intern. s Aktenzeichen
PCT/EP 01/06070

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		glied(er) der atentfamilie	Datum der Veröffentlichung	
WO	9412865	A	09-06-1994	US AU CA	5406082 A 5729394 A 2150108 A	11-04-1995 22-06-1994 09-06-1994
JP	60017304	Α	29-01-1985	KEINE		
JP	03255937	Α	14-11-1991	JP	2943215 B	30-08-1999
JP	62223610	Α	01-10-1987	KEIN	E	